

**Accession Nbr :**

1979-51305B [28]

**Title :**

Colouring cellulosic textiles with disperse dyes - contg. carboxylic ester gps., by fixing in presence of polyfunctional aliphatic cpd.

**Derwent Classes :**

A11 A23 A35 E24 F06

**Patent Assignee :**

(FARH ) HOECHST AG

**Inventor(s) :**

REINHARDT F


**Nbr of Patents :**


8


**Nbr of Countries :**


6


**Patent Number :**


 GB2011483 A 19790711 DW1979-28 \*


 JP54096186 A 19790730 DW1979-36


 DE2811167 A 19790920 DW1979-39

 FR2413497 A 19790831 DW1979-41

 US4224026 A 19800923 DW1980-41

 GB2011483 B 19820818 DW1982-33

 DE2811167 C 19851010 DW1985-42

 IT1102774 B 19851007 DW1987-09

**Priority Details :**

1978DE-2811167 19780315; 1977DE-2758579 19771229

**IPC s :**

D06P-001/16 D06P-003/60

**Abstract :**

GB2011483 A

Fast colourations (esp. paddings and prints) are obtd. on cellulosic fibrous material by treating with aq. compsn. contg. a disperse dye (I) having  $\geq 1$  carboxylic ester gp. The dye is then fixed by steaming and/or dry heat in presence of a cpd. (II) contg.  $> 1$  OH and/or  $\text{NH}_2$  gps. linked to aliphatic C. The material may contain  $\leq 70$  wt. % synthetic, esp. polyester fibres.

Pref. each kg or litre of compsn. contains 1-200(50-150) g (II); 1-150 (10-100)g acid or alkaline fixation catalyst (or their precursors); 1-150 g swelling agent; and 10-100 (20-80)g (I).

**USE/ADVANTAGE**

Disperse dyes can now be used to colour cellulose and polyester simultaneously.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

①⑨ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Patentschrift  
⑪ DE 2811167 C2

⑤ Int. Cl. 4:  
D 06 P 3/60  
D 06 P 3/84

⑳ Aktenzeichen: P 28 11 167.3-43  
㉑ Anmeldetag: 15. 3. 78  
㉒ Offenlegungstag: 20. 9. 79  
㉓ Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung: 10. 10. 85

DE 2811167 C2

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

㉔ Patentinhaber:  
Hoechst AG, 6230 Frankfurt, DE

㉕ Erfinder:  
Reinhardt, Friedrich, Dipl.-Chem. Dr., 6232 Bad  
Soden, DE

㉖ Im Prüfungsverfahren entgegengehaltene  
Druckschriften nach § 44 PatG:  
Textilbericht, 1578, Ref. T 876/78;

㉗ Verfahren zur Herstellung echter Klotzfärbungen und Drucke auf Cellulosefasermaterialien und deren  
Mischungen mit Polyesterfasern

DE 2811167 C2

## Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung echter Klotzfärbungen und Drucke auf Cellulosematerialien und deren Mischungen mit Polyesterfasern, dadurch gekennzeichnet, daß man auf die Materialien wäßrige Zubereitungen von Dispersionsfarbstoffen aufbringt, die mindestens eine veresterte Carboxylgruppe enthalten und die Färbungen durch Dämpfen und/oder Trockenhitze in Gegenwart einer Verbindung, die mehrere aliphatisch gebundene Hydroxy- und/oder Aminogruppen enthält, fixiert.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Fixierung in Gegenwart eines sauren oder basischen Katalysators erfolgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Farbstoffzubereitung pro kg oder Liter 1 bis 200 g einer oder mehrerer Verbindungen enthalten, die mindestens 2 Hydroxy- und/oder Aminogruppen aufweisen.
4. Verfahren nach Anspruch 1 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Farbstoffzubereitungen pro kg oder Liter 1 bis 150 g einer Säure oder eines Säurespenders bzw. einer Base oder eines Alkalispenders enthalten.

Das Färben und Bedrucken von Mischmaterialien aus Cellulose- und Polyesterfasern bringt aufgrund der unterschiedlichen Affinität für die Farbstoffe eine Reihe von Problemen mit sich. Beim Pigmentdruck wird der textile Charakter der Ware beeinträchtigt, und bestimmte Echtheitseigenschaften sind unbefriedigend. Das Arbeiten mit Mischfarbstoffsystemen ist teuer, da der jeweils nicht anfärbende Farbstoffanteil ausgewaschen werden muß, was eine Abwasseraufarbeitung erfordert. Die Bemühungen gehen deshalb dahin, Mischmaterialien mit einer einzigen Farbstoffklasse zu färben. Da auf Polyester material in erster Linie Dispersionsfarbstoffe appliziert werden können, konzentrieren sich die Anstrengungen darauf, diese Farbstoffklasse auch auf Cellulosefasern mit befriedigenden Echtheiten zu fixieren.

Aus der DE-PS 18 11 796 ist es bekannt, ausgewählte Dispersionsfarbstoffe mit einer gewissen Substantivität für Cellulosefasern auf einem mit Quellmitteln vorbehandelten Cellulosematerial zu applizieren. Die erforderlichen hohen Quellmittelmengen verteuern nicht nur das Verfahren, sondern bringen auch anwendungstechnische Nachteile mit sich.

Es wurde nun gefunden, daß Dispersionsfarbstoffe, die mindestens eine veresterte Carboxylgruppe enthalten, auf Cellulosematerialien echte Klotzfärbungen und Drucke ergeben, wenn die Fixierung der Färbungen durch Dämpfen und/oder Trockenhitze in Gegenwart von Verbindungen erfolgt, die mehrere aliphatisch gebundene Hydroxy- und/oder Aminogruppen enthalten. Vermutlich kommt es hierbei in mehr oder weniger großem Ausmaß zu einer Umwandlung der Esterfunktion durch Umesterung bzw. Amidbildung mit den mehrwertigen Alkoholen oder Aminen und somit zu einer Vergrößerung des Farbstoffmoleküls.

Gegenstand der Erfindung ist somit ein Verfahren zur Herstellung echter Klotzfärbungen und Drucke auf Cellulosematerialien und deren Mischungen mit Polyesterfasern, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man auf die Materialien wäßrige Zubereitungen von Dispersionsfarbstoffen aufbringt, die mindestens eine veresterte Carboxylgruppe enthalten und die Färbungen durch Dämpfen und/oder Trockenhitze in Gegenwart einer Verbindung, die mehrere aliphatisch gebundene Hydroxy- und/oder Aminogruppen enthält, fixiert.

Die erwähnte Umesterung bzw. Amidierung kann sowohl im sauren als auch im alkalischen Milieu erfolgen. Besonders vorteilhaft ist eine Verfahrensweise, bei welcher sich der pH-Wert während des Fixiervorgangs vom schwach sauren in den alkalischen Bereich verschiebt. Auf diese Weise kann bei der Färbung von Polyester-Cellulosefaser-Mischmaterialien der Farbstoff in den Polyesterfaseranteil im sauren pH-Bereich umgestört eindringen.

Als Verbindungen, die eine Umesterung bewirken können, kommen insbesondere 2- und mehrwertige niedermolekulare aliphatische Alkohole in Betracht, beispielsweise Glykole, Glycerin, Pentaerythrit, 1,1,1-Trimethyloläthan und -propan, Hexan-1,3,5-triol, Cyclohexan-1,4-diol, 1,4-Bismethylol-cyclohexan oder Zuckeralkohole, wie beispielsweise Sorbit oder Mannit.

Als mehrfunktionale Amine, die eine Amidierung eingehen können, kommen beispielsweise Äthylendiamin, Propylendiamin, Diäthylentriamin, Dipropylentriamin, Tetramethylendiamin, Hexamethylendiamin oder Piperazin in Betracht.

Geeignet sind auch entsprechende Oxalkylierungsprodukte, wie beispielsweise Triäthanolamin, die neben den alkoholischen Gruppen auch noch Aminfunktionen enthalten können, wie beispielsweise Äthanolamin oder Diäthanolamin.

Pro kg Druckpaste bzw. pro Liter Färbeflotte, insbesondere Klotzflotte, werden vorteilhaft 1 bis 200 g, vorzugsweise 50 bis 150 g der Verbindungen eingesetzt, die mindestens 2 Hydroxy- oder/und Aminogruppen enthalten.

Als saure Katalysatoren können schwache bis mittelstarke anorganische Säuren bzw. saure Salze von anorganischen Säuren oder sauer hydrolysierende Metallsalze anorganischer Säuren sowie organische Mono- oder Polycarbonsäuren bzw. deren als Säurespender fungierende Ester, Amide oder Ureide verwendet werden. Als alkalische Katalysatoren kommen Ammoniumhydroxid, Alkali- oder Erdalkalihydroxide bzw. Ammonium-, Alkali- oder Erdalkalisalze von schwachen oder mittelstarken anorganischen oder organischen Säuren, beispielsweise halogenierten Alkancarbonsäuren, oder organische Stickstoffbasen in Betracht. Zweckmäßig werden 1 bis 150 g, insbesondere 10 bis 100 g Säure oder Säurespender bzw. Alkali- oder Alkalispender pro kg Druckpaste oder pro Liter Färbeflotte, insbesondere Klotzflotte, eingesetzt.

Gegebenenfalls können den Färbefloten bzw. Druckpasten auch noch 1 bis 150 g pro kg Druckpaste bzw. pro Liter Klotzflotte eines Quellmittels zugegeben werden, wie sie in der DE-PS 18 11 796 bzw. DE-OS 25 51 432 beschrieben sind.

Als Synthesefasern kommen beispielsweise Cellulosetriacetatfasern, insbesondere jedoch Polyesterfasern, vor allem Polyäthylenglycolterephthalat, in Betracht.

Für das erfindungsgemäße Verfahren werden als Verdickungen für die Farbmittelzubereitungen die üblichen alkalibeständigen Verdickungsmittel eingesetzt, vorzugsweise verätherte Johannisbrotkernmehlderivate.

Die Fixierung der Klotzfärbungen bzw. Drucke erfolgt in bekannter Weise durch Dämpfen und/oder Trockenhitze, und zwar durch eine Behandlung von 1 bis 15 Minuten im Sattdampf bzw. im überhitzten Dampf von 160 bis 190°C und/oder eine Trockenhitzebehandlung, insbesondere eine Heißluftfixierung von 20 bis 90 sec bei 170 bis 210°C.

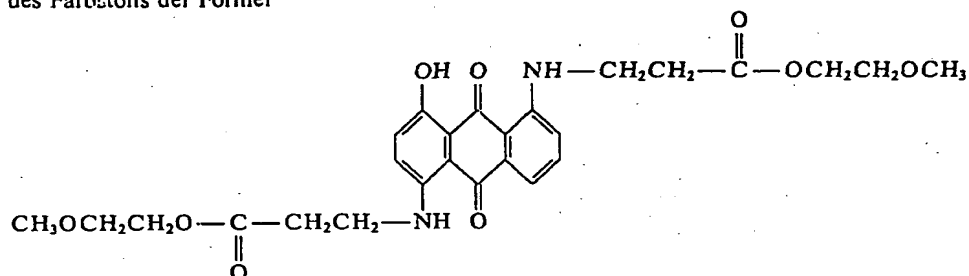
Die Nachbehandlung der fixierten Färbungen wird in bekannter Weise vorgenommen, beispielsweise 1 bis 15 Minuten bei 60 bis 95°C mit Flotten, die anionaktiv oder nicht ionogene Waschmittel enthalten.

In den folgenden Beispielen beziehen sich Prozentangaben auf das Gewicht.

#### Beispiel 1

Ein Baumwollgewebe wird mit einer Druckfarbe folgender Zusammensetzung bedruckt:

80 g des Farbstoffs der Formel



werden in

- 10 g Natronlauge, 32,5%ig, und  
 150 g Wasser dispergiert. Die Dispersion wird in  
 500 g einer 5%igen wäßrigen Lösung eines Johannisbrotkernmehlcarboxymethyläthers als Verdickungsmittel  
 eingerührt. Zu der Druckpaste werden  
 50 g n-Hexan-1,3,5-triol und  
 120 g Weinsäurediäthylester zugegeben. Mit  
 90 g Wasser oder der genannten Verdickung wird auf  
 1000 g aufgefüllt.

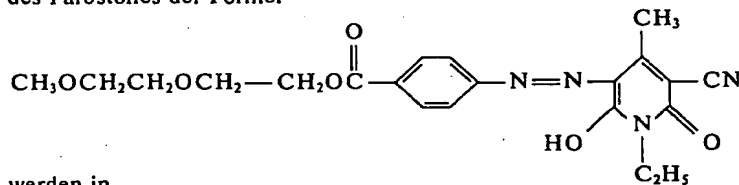
Das bedruckte und getrocknete Gewebe wird 8 Minuten bei 170°C mit überhitztem Dampf gedämpft, anschließend gründlich gespült, 10 Minuten bei 95°C mit 1 g/l eines 30fach oxäthylierten Nonylphenols behandelt, nochmals gespült und getrocknet.

Man erhält einen blauen Druck mit guten Echtheiten.

#### Beispiel 2

Ein Zellwollgewebe wird mit einer Färbeflotte folgender Zusammensetzung geklotzt:

60 g des Farbstoffes der Formel



werden in

- 10 g Natronlauge, 32,5%ig, und  
 150 g Wasser dispergiert.  
 Die Dispersion wird in  
 100 g einer 5%igen wäßrigen Lösung eines Johannisbrotkernmehlcarboxymethyläthers eingerührt. Zu der  
 Mischung werden  
 50 g Glycerin und  
 80 g Natrium-monochloracetat zugegeben. Mit  
 550 g Wasser wird auf  
 1000 g aufgefüllt.

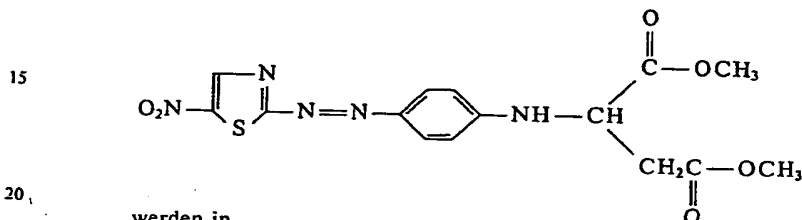
Das geklotzte und getrocknete Gewebe wird 5 Minuten bei 100°C im Sattendampf gedämpft, dann gespült und 10 Minuten bei 95°C geseift, erneut gespült und getrocknet. Dabei entsteht eine gelbe Färbung mit guten Echtheiten.

5

## Beispiel 3

Ein Mischgewebe auf 50% Polyäthylenglykolterephthalatfasern und 50% Celluloseregeneratfasern wird mit einer Druckfarbe folgender Zusammensetzung bedruckt:

10 200 g einer 10%igen Einstellung des Farbstoffs der Formel



werden in

100 g Wasser dispergiert und in  
 500 g einer 5%igen wäßrigen Lösung eines verätherten Guarkernmehls als Verdickung eingebracht. Zu der  
 25 Druckpaste werden  
 120 g Pentaerythrit und  
 10 g Natriumformiat zugegeben. Mit  
 70 g Wasser oder der genannten Verdickung wird auf  
 1000 g vervollständigt.

30

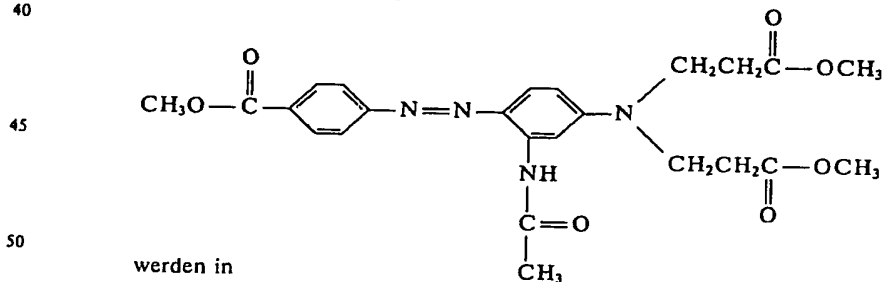
Das bedruckte und getrocknete Gewebe wird auf dem Heißluftfixierrahmen 60 Sekunden auf 200°C erhitzt, dann gründlich gespült und 10 Minuten bei 95°C geseift. Es resultiert ein bordofarbener Druck mit guten Echtheiten.

35

## Beispiel 4

Ein Baumwollgewirk wird mit einer Druckfarbe folgender Zusammensetzung bedruckt:

40 70 g des Farbstoffes der Formel



werden in

5 g Natronlauge, 32,5%ig, und  
 150 g Wasser dispergiert. Die Dispersion wird in  
 55 500 g einer 5%igen wäßrigen Lösung eines Johannisbrotkernmehls als Verdickung ein-  
 getragen. Zu der Druckpaste werden  
 120 g n-Hexan-1,3,5-triol zugegeben. Mit  
 155 g Wasser oder der genannten Verdickung wird auf  
 1000 g aufgefüllt.

60

Das bedruckte Gewirk wird 5 Minuten bei 100°C im Sattendampf gedämpft und der üblichen Nachbehandlung unterzogen.

Es resultiert ein orangefarbener Druck mit guten Echtheiten.

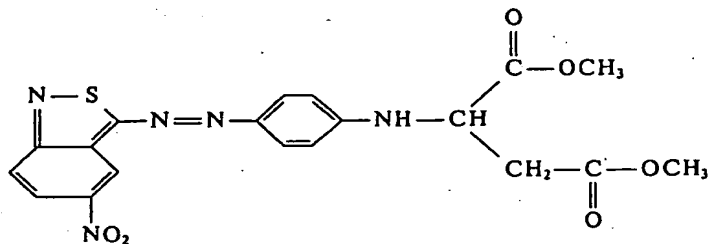
65

## Beispiel 5

Ein Gewebe auf 65% Polyäthylenglykolterephthalatfasern und 35% Baumwolle wird mit einer Druckfarbe folgender Zusammensetzung bedruckt:

28 11 167

200 g der 10%igen Flüssig-Einstellung des Farbstoffs der Formel



werden in

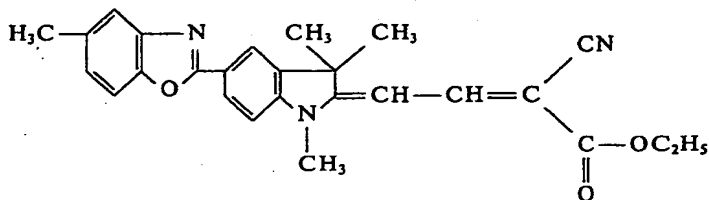
- 100 g Wasser dispergiert. Die Dispersion wird in
- 500 g einer 5%igen wäßrigen Lösung eines Johannisbrotkernmehlcarboxymethyläthers als Verdickung eingerührt. Die Mischung wird mit
- 150 g n-Hexan-1,3,5-triol und
- 10 g Natriumformiat versetzt und mit
- 40 g Wasser oder der genannten Verdickung auf
- 1000 g komplettiert.

Das bedruckte und getrocknete Gewebe wird 6 Minuten bei 180°C in überhitztem Dampf gedämpft und wie im Beispiel 1 nachbehandelt.

Man erhält einen rotvioletten Druck mit guten Echtheiten.

#### Beispiel 6

Ein Gewebe wie im Beispiel 5 wird mit einer Druckfarbe der Zusammensetzung wie im Beispiel 5 bedruckt, die jedoch statt des dort beschriebenen 80 g des Farbstoffes der Formel

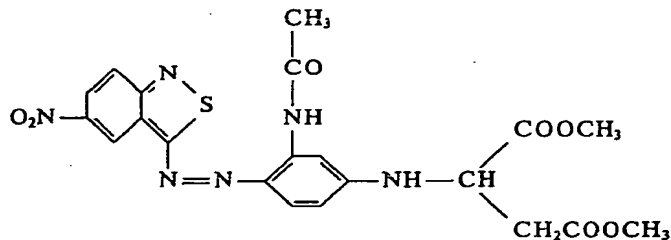


enthält.

Die Fixierung und Nachbehandlung wird ebenfalls wie im Beispiel 5 vorgenommen. Es resultiert ein gelber Druck mit guten Echtheiten.

#### Beispiel 7

Ein Gewebe wie im Beispiel 5 wird mit einer Druckfarbe der Zusammensetzung wie im Beispiel 5 bedruckt, die jedoch statt der dort beschriebenen 200 g der 10%igen Flüssig-Einstellung des Farbstoffes der Formel



enthält.

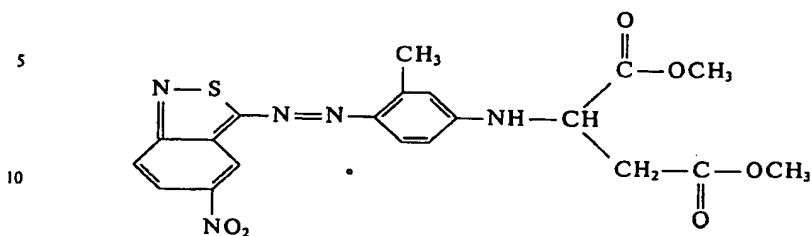
Die Fixierung und Nachbehandlung wird ebenfalls wie im Beispiel 5 vorgenommen. Es entsteht ein grünlich-blauer Druck mit guter Echtheiten.

#### Beispiel 8

Ein Baumwollgewebe wird mit einer Druckfarbe folgender Zusammensetzung bedruckt:

28 11 167

200 g der 10%igen Flüssig-Einstellung des Farbstoffs der Formel



werden in

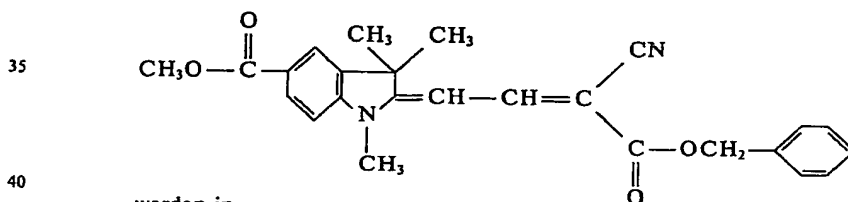
- 15
- 100 g Wasser dispergiert. Die Dispersion wird in  
 500 g einer 5%igen wäßrigen Lösung eines Weizenstärkecarboxymethyläthers als Verdicker eingearbeitet.  
 Der Mischung werden  
 50 g Piperidin und  
 50 g Diäthylentriamin zugegeben. Mit  
 100 g Wasser oder der genannten Verdickung wird auf  
 1000 g aufgefüllt.

Die bedruckte Ware wird 60 Sekunden auf 200°C erhitzt und wie im Beispiel 1 gewaschen.  
 Man erhält einen violetten Druck mit guten Echtheiten.

#### Beispiel 9

Ein Zellwollgewebe wird mit einer Klotzflotte nachstehender Zusammensetzung geklotzt:

60 g des Farbstoffs der Formel



werden in

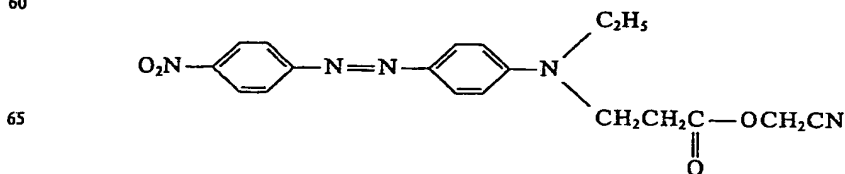
- 100 g Wasser dispergiert. Die Dispersion wird mit  
 100 g einer 5%igen wäßrigen Lösung eines Johannisbrotkernmethyläthers vermischt. Die Färbeflotte  
 enthält außerdem  
 120 g Triäthanolamin. Mit  
 620 g Wasser wird auf  
 1 l aufgefüllt.

Das geklotzte und getrocknete Gewebe wird 5 Minuten im Sattdampf gedämpft und wie üblich gewaschen  
 und getrocknet.  
 Es entsteht eine gelbe Färbung mit guten Echtheiten.

#### Beispiel 10

Ein Gewebe aus 65% Polycyclohexandiolterephthalatfasern und 35% hochnaßfesten Celluloseregeneratfasern  
 wird mit einer Druckfarbe folgender Zusammensetzung bedruckt:

70 g des Farbstoffs der Formel



werden in



28 11 167

150 g Wasser dispergiert. Die Dispersion wird in  
 500 g einer 5%igen wäßrigen Lösung eines Johannisbrotkernmehcarboxymethyläthers als Verdickung ein-  
 gerührt. Der Mischung werden  
 150 g n-Hexan-1,3,5-triol und  
 20 g Natrium-mono-chloracetat zugegeben. Mit  
 110 g Wasser oder der genannten Verdickung wird auf  
 1000 g vervollständigt.

5

Das bedruckte und getrocknete Gewebe wird 5 Minuten im Sattdampf bei 100°C gedämpft und anschließend  
 60 Sekunden bei 200°C thermosoliert. Danach wird es der gleichen Nachbehandlung wie im Beispiel 1 unter-  
 worfen.

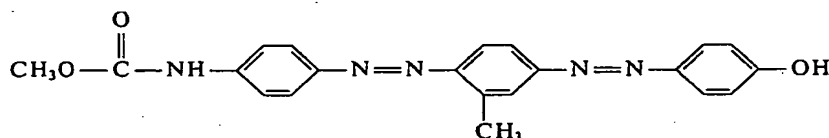
10

Es resultiert ein scharlachfarbener Druck mit befriedigenden Echtheiten.

#### Beispiel 11

15

Ein Gewebe wie im Beispiel 5 wird mit einer Druckfarbe der dort beschriebenen Zusammensetzung bedruckt,  
 welche jedoch als farbgebende Komponente 80 g des Farbstoffs der Formel



20

enthält.

25

Das bedruckte und getrocknete Gewebe wird der gleichen Fixier- und Nachbehandlung wie im Beispiel 10  
 unterworfen.

Es entsteht ein orangefarbener Druck mit guten Echtheiten.

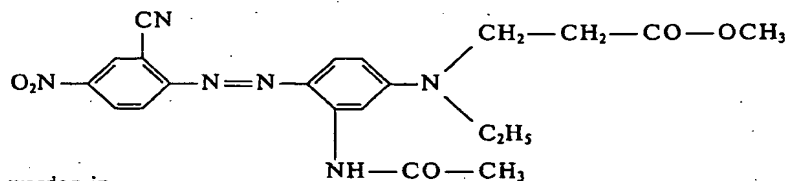
#### Beispiel 12

30

Ein Gewebe wie im Beispiel 5 wird mit einer Druckfarbe nachstehender Zusammensetzung bedruckt:

80 g des Farbstoffs der Formel

35



40

werden in

2 g Natronlauge, 32,5%ig, und  
 150 g Wasser dispergiert. Die Dispersion wird in  
 500 g einer 5%igen wäßrigen Lösung eines Johannisbrotkernmehcarboxymethyläthers als Verdickung ein-  
 gerührt. Zu der Druckpaste werden  
 60 g n-Hexan-1,3,5-triol und  
 60 g eines Polyäthylenglykols vom Mol-Gew. 600 zugegeben. Mit  
 148 g Wasser oder der genannten Verdickung wird auf  
 1000 g aufgefüllt.

45

50

Das bedruckte und getrocknete Gewebe wird 8 Minuten mit überhitztem Dampf bei 180°C gedämpft und  
 anschließend der gleichen Waschoperation wie im Beispiel 1 unterworfen.

55

Man erhält einen rotvioletten Druck mit befriedigenden Echtheiten.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

**Best Available Copy**